

明細書

光ファイバ母材の製造方法、光ファイバの製造方法、および、光ファイバ

5 技術分野

本発明は、シリカガラス製の出発パイプの内側にガラス層を堆積させる工程と出発パイプを中実化する工程とを有する光ファイバ母材の製造方法と光ファイバの製造方法、および、この方法により製造された光ファイバに関する。

10 背景技術

近年の光通信システムでは、波長分割多重(WDM)伝送技術がますます重要になってきている。WDM 伝送では、使用する波長帯域内の波長分散の差を小さく抑えて使用波長ごとの伝送特性をそろえることが重要であることから、光ファイバの分散の波長依存性を厳密に調節することが強く望まれている。分散の波長依存性を調整した光ファイバとしては、分散シフト光ファイバ、ノンゼロ分散シフト光ファイバ、分散フラット光ファイバ、分散補償光ファイバが挙げられる。これらの光ファイバは、極大点、極小点を複数有する複雑な屈折率プロファイルを有している。

このような光ファイバで所望の分散特性を得るために、屈折率プロファイルを精密に形成することが重要である。そのために適した製造方法が、MCVD (Modified chemical vapor deposition)法、PCVD (Plasma-activated chemical vapor deposition)法といった内付け法である。MCVD 法は、「光ファイバ通信国際版 1991 年(Optical Fiber Communications International Edition 1991)」、マクグローヒル出版社(McGraw-Hill Book Co.)、p.66-67 に開示されているように、高品質な光ファイバ母材を比較的容易に得やすいため、広く用いられている。

また、MCVD 法を用いてガラスを堆積したパイプを中実化してガラスロッドとし、これをクラッドの一部の外側部分と一体化させながら線引きして光ファイバを製造する方法が、米国特許第 4820322 号明細書に開示されている。

ところで、高品質な光ファイバを得るためにには、製造過程でガラスの中に水酸基(OH基)が侵入しないようにすることが重要である。分散の波長依存性を調整した光ファイバは、複雑な屈折率プロファイルを有するために製造工程が複雑であり、ガラスの中にOH基が侵入しやすい。ファイバ中の光の導波領域にOH基が存在すると、光がOH基により吸収され伝送損失が大きくなってしまう。

発明の開示

本発明の目的は、所望の屈折率プロファイルを得るとともにOH基の吸収に起因する損失の増加を抑制することのできる光ファイバ母材と光ファイバの製造方法、および、この光ファイバの製造方法により製造された光ファイバを提供することである。

目的を達成するため、外径が20 mm以上150 mm以下であり、肉厚が2 mm以上8 mm以下のシリカガラス製の出発パイプの内側に、フッ素、ゲルマニウム、リン、塩素のいずれかを含むコアとなるガラス層およびクラッドの一部となるガラス層を内付け法により堆積させコアとなるガラス層を有するパイプとし、このパイプを中実化して、表面から深さ1 mmまでの部分に存在するOH基の濃度が10重量 ppm以下であるガラスロッドとする光ファイバ母材の製造方法が提供される。

OH基の濃度は、1重量 ppm以下であるより望ましい。

出発パイプは、フッ素が添加されたシリカガラス製のパイプであってもよい。出発パイプは、ガラス微粒子を堆積させてその後脱水透明化して作成したものであり、出発パイプに存在するOH基の濃度は0.01重量 ppm以下であってもよい。出発パイプの偏肉率は、全長にわたって0.3%以下であってもよく、出発パイプの内径、および、外径の楕円率は1%以下であってもよい。

内付け法はMCVD法であり、ガラス層を堆積させる速度は0.4 g/分以上であってもよい。堆積させる速度は、1.0 g/分以上であるより望ましい。コアとなるガラス層の厚さ、および、クラッドの一部となるガラス層の厚さの合計は1 mm以上であり、コアとなるガラス層を有するパイプの肉厚は8 mm以下であってもよい。

ガラスロッドのコアの楕円率は0.4%以下であり、ガラスロッドの中心軸上の気泡

数は長さ 10 mmあたり 1 個以下であってもよい。ガラスロッドの内付け法により堆積した部分の楕円率は 1.5 %以下であり、ガラスロッドの中心軸上の気泡数は長さ 10 mmあたり 1 個以下であってもよい。

中実化は、コアとなるガラス層を有するパイプの一端部を加熱して中実化する
5 第 1 加熱工程と、一端部から他端へ向けてコアとなるガラス層を有するパイプを
加熱して中実化していく第 2 加熱工程とを有し、第 1 加熱工程における一端部
の表面温度 T1 は、第 2 加熱工程におけるパイプの被加熱部分の表面温度 T2
より高温であってもよい。

MCVD 法の加熱源は、誘導炉、抵抗炉、プラズマトーチのいずれかであっても
10 よい。また、中実化のための加熱源は、誘導炉、抵抗炉、プラズマトーチのいず
れかであってもよい。

また、本発明の光ファイバ母材の製造方法によって製造された光ファイバ母材
を線引きする光ファイバの製造方法が提供される。この光ファイバの製造方法に
おける線引き工程では、ガラスロッドをジャケットパイプに挿入し、ガラスロッドとジ
15 ャケットパイプとを加熱して一体化させながら線引きしてもよい。ジャケットパイプ
は、ガラス微粒子を堆積させてその後脱水透明化して作成したものであり、ジャ
ケットパイプに存在する OH 基の濃度は 0.01 重量 ppm 以下であってもよい。

くわえて、本発明の光ファイバの製造方法を用いて製造された光ファイバが提
供される。光ファイバの偏波モード分散は 0.15 ps/km^{1/2} 以下であってもよく、波
20 長 1.38 μm における OH 基の吸収に起因する損失は 0.2 dB/km 以下であって
もよい。

本発明は、以下において、図面を参照して詳細に説明される。図面は、説明
を目的とし、発明の範囲を限定しようとするものではない。

25 図面の簡単な説明

第 1 図は、本発明の光ファイバ母材の製造方法によって製造された光ファイバ
母材の中心軸に垂直な断面を示す断面図である。

第 2 図は、第 1 図の光ファイバ母材の屈折率プロファイルを示す概念図であ
る。

第 3 図は、本発明の光ファイバ母材の製造方法の実施形態を説明する流れ図である。

第 4 図は、MCVD 法を説明する概念図である。

第 5 図は、出発パイプを製造する方法の一例を説明する概念図である。

5 第 6 図は、中実化工程における第一加熱工程を説明する概念図である。

第 7 図は、中実化工程における第二加熱工程を説明する概念図である。

第 8 図は、中実化に使う熱源の種類とコア槽円率の関係を示すグラフである。

第 9 図は、SF₆ および Cl₂ からなる混合ガスの流量に対する SF₆ と Cl₂ の混合ガスの露点ならびに OH 基濃度の関係を示すグラフである。

10 第 10 図は、ガラスロッド中の気泡の数を測定する方法を説明する概念図である。

第 11 図は、ガラスロッドのコア槽円率と光ファイバ母材のコア槽円率との関係を示すグラフである。

15 第 12 図は、光ファイバ母材のコア槽円率と光ファイバの偏波モード分散との関係を示すグラフである。

第 13 図は、ジャケットパイプにガラスロッドを挿入して一体化しながら線引きする方法を説明する概念図である。

20 第 14 図は、出発パイプ中の塩素の濃度とこの出発パイプを用いて製造された光ファイバの 1.4 μm 帯における OH 基の吸収に起因する損失の関係を示すグラフである。

第 15 図は、出発パイプの肉厚と光ファイバの損失中の波長無依存成分との関係を示すグラフである。

第 16 図は、遷移金属の吸収スペクトルの一例を示すグラフである。

25 第 17 図は、5 重クラッド光ファイバ用の光ファイバ母材の屈折率プロファイルを示す概念図である。

第 18 図は、6 重クラッド光ファイバ用の光ファイバ母材の屈折率プロファイルを示す概念図である。

第 19 図は、ガラスパイプの肉厚、バーナのトラバース速度と内付けしたガラス層の状態の関係を説明するグラフである。

第 20 図は、ガラスロッド表面の OH 基の濃度と $1.4 \mu\text{m}$ 帯での OH 基吸収の関係を計算した結果を示すグラフである。

発明を実施するための最良の形態

5 本発明の実施形態が、以下において、図面を参照して説明される。図面において、説明の重複を避けるため、同じ符号は同一部分を示す。図面中の寸法の比率は、必ずしも正確ではない。

10 第 1 図は、本発明の光ファイバ母材の製造方法によって製造された光ファイバ母材 1 の中心軸に垂直な断面を示す断面図である。第 2 図は、光ファイバ母材 1 の屈折率プロファイルを示す概念図である。光ファイバ母材 1 は、分散シフトファイバ、分散フラット分散シフトファイバ、分散補償ファイバ等の複雑な屈折率プロファイルを持つ光ファイバを作るための光ファイバ母材である。光ファイバ母材 1 は、中心から外側へ順に中心コア 14、第 1 ディプレスト部 13、リング部 12、第 2 ディプレスト部 11、および、外部クラッド 15 を有している。なお、光ファイバ母材 15 1 を用いて製作される光ファイバの断面形状も、光ファイバ母材 1 の断面形状と同じものになる。

20 第 2 図において、屈折率プロファイル $14n$ 、 $13n$ 、 $12n$ 、 $11n$ 、 $15n$ は、それぞれ、中心コア 14、第 1 ディプレスト部 13、リング部 12、第 2 ディプレスト部 11、外部クラッド 15 の屈折率プロファイルである。屈折率プロファイル $14n$ は極大屈折率 Nc を、屈折率プロファイル $13n$ は極小屈折率 $Nd1$ を、屈折率プロファイル $12n$ は極大屈折率 Nr を、屈折率プロファイル $11n$ は極小屈折率 $Nd2$ を、屈折率プロファイル $15n$ は極大屈折率 No を有し、各屈折率は $Nc \geq Nr > No > Nd2 \geq Nd1$ の関係を有する。また、各屈折率 Nc 、 $Nd1$ 、 Nr 、 $Nd2$ の、外部クラッドの屈折率 No を基準とした比屈折率差を、それぞれ、 Δc 、 $\Delta d1$ 、 Δr 、および、 $\Delta d2$ で表す。

25 さらに、第 2 図において、 $2c$ は中心コア 14 の径、 $2d1$ は第 1 ディプレスト部 13 の外径、 $2r$ はリング部 12 の外径、 $2d2$ は第 2 ディプレスト部 11 の外径、 $2o$ は外部クラッド 15 の外径である。光ファイバ母材 1 では、中心コア 14 以外の各領域の屈折率プロファイルはステップ状であるが、中心コア 14 の屈折率プロファイル

は中心にディップを有している。

第3図は、本発明の光ファイバ母材の製造方法の実施形態を説明する流れ図である。この実施形態では、光ファイバ母材1の中心コア14、第1ディプレスト部13、とリング部12は、第2ディプレスト部11となる出発パイプの内側に、
5 MCVD法などの内付け法によって形成される。

製造の開始(ステップSS)後、出発パイプの内側に、ガラス層を堆積させる(ステップS1)。ガラス層を堆積させるには、MCVD法を用いるとよい。第4図は、MCVD法を説明する概念図である。MCVD法では、出発パイプ20の内側に原料ガス(塩化ケイ素(SiCl_4)、酸素(O_2))やヘリウム(He)などを導入する一方、出発
10 パイプ20の外側をバーナ22などを用いて加熱しガラス微粒子21を堆積させ、その後ガラス微粒子21を透明化させ、ガラス層23を形成する。この実施形態では、最初に原料ガス中にゲルマニウム(Ge)もしくはリンまたは塩素(Cl)を含ませてリング部12となるべきガラス層を形成する。つぎに原料ガス中にフッ素を含ませて第1ディプレスト部13となるべきガラス層を形成する。そして再び原料ガス中に
15 GeもしくはリンまたはClを含ませて中心コア14となるべきガラス層を形成する。

出発パイプ20は、VAD(Vapor phase axial deposition)法、OVD(Outside vapor phase deposition)法等でガラス微粒子を堆積させてその後脱水透明化したものであり、出発パイプに残留するOH基の濃度は0.1重量ppm以下、より望ましくは0.01重量ppm以下である。これにより、出発パイプにかかるコストを低減し、得られる光ファイバのOH基の吸収に起因する損失を小さくすることができる。
20

なお、出発パイプ20には、脱水工程で使用したClが残留している。第14図は、出発パイプ中のClの濃度とこの出発パイプを用いて製造された光ファイバの1.4μm帯におけるOH基の吸収に起因する損失の関係を示すグラフである。光
25 ファイバの1.4μm帯におけるOH基の吸収に起因する損失を、塩素が0.1重量%残留する条件で脱水すれば0.05dB/km以下に、塩素が0.25重量%残留する条件で脱水すれば0.01dB/km以下にすることができる。脱水の際には塩素(Cl_2)にくわえて SiCl_4 のような O_2 と反応する物質を混合することが望ましい。

出発パイプ20は、外径が20mm以上150mm以下であり、肉厚が2mm以

上 8 mm 以下である。外径を 20 mm 以上 150 mm 以下することで、大型の光ファイバ母材を製造することができる。

第 15 図は、出発パイプの肉厚と光ファイバの損失中の波長無依存成分、いわゆる B 値との関係を示すグラフである。第 15 図に示されるように、パイプ肉厚を 5 8 mm 以下にすれば、パイプの内部に形成されるガラス層の各層の境界面が滑らかになり、B 値を小さくすることができる。またパイプ肉厚を 2 mm 以上にすれば、後の中実化時の楕円化を防ぐことができる。

出発パイプ 20 は、フッ素が添加されたシリカガラス製のパイプであるのが望ましい。フッ素が添加されたシリカガラスを製造する方法としては、少なくともフッ素原子またはフッ素を含む化合物を有するガス雰囲気中でガラス微粒子堆積体を透明化することが望ましい。あるいは、少なくともフッ素原子またはフッ素を含む化合物を有するガスに He を加えた雰囲気で透明化することが望ましい。He を加えることにより、フッ素の添加量を調整することができる。

また、出発パイプ 20 の偏肉率は、全長にわたって 0.3 % 以下であるのが望ましく、出発パイプ 20 の内径、および、外径の楕円率は 1 % 以下であるのが望ましい。ここで、偏肉率とは、 $((\text{パイプの最大厚み}) - (\text{パイプの最小厚み})) / (\text{パイプの平均厚み})$ である。また、楕円率とは、断面の外周形状を楕円で近似したときに、 $((\text{最大径}) - (\text{最小径})) / (\text{平均径})$ である。これにより、偏波モード分散 (PMD) の小さい光ファイバを得やすくなる。

20 表 I は、偏肉率が異なるパイプに酸化ゲルマニウムを含むガラス微粒子を内付けし、透明化した結果を示している。

表 I

| サンプル番号 | 偏肉率 % | 透明化時のパイプ表面温度 °C | 結果 |
|--------|-------|-----------------|------|
| 1 | 0.05 | 1795 | 良好 |
| 2 | 0.15 | 1800 | 良好 |
| 3 | 0.29 | 1805 | 良好 |
| 4 | 0.35 | 1820 | 部分発泡 |
| 5 | 0.5 | 1880 | 発泡 |

パイプの平均肉厚が同じであっても、偏肉率が大きくなると各位置での肉厚は異なるため、肉厚の厚い側ではガラス微粒子層を透明化するのに要する温度は高くなる。偏肉率が 0.3 %を超えると透明化に必要な温度は 1820°C を越し、ガラス微粒子に含まれる一酸化ゲルマニウムが発泡してしまうので良好なガラス膜を得ることは出来なくなる。

表 II は、偏肉率、コア偏心率、および、コア槽円率が異なるサンプル 11—19 の PMD を示している。

表 II

| サンプル番号 | コア偏心率 % | 偏肉率 % | コア槽円率 % | PMD |
|--------|---------|-------|---------|------|
| 11 | 0.5 | 0.11 | 0.2 | 0.02 |
| 12 | 0.5 | 0.11 | 1.5 | 0.16 |
| 13 | 1.3 | 0.11 | 0.2 | 0.19 |
| 14 | 0.6 | 0.25 | 0.8 | 0.08 |
| 15 | 0.6 | 0.25 | 1.3 | 0.22 |
| 16 | 1.1 | 0.25 | 0.8 | 0.19 |
| 17 | 0.4 | 0.35 | 0.8 | 0.21 |
| 18 | 0.4 | 0.35 | 1.6 | 0.19 |
| 19 | 1.3 | 0.35 | 0.5 | 0.33 |

10

ここで、コア偏心率とは(ロッド中心とコア中心との距離)/(ロッド半径)である。表 II に示されるように、偏肉率、コア偏心率、および、コア槽円率の軸方向における平均値を 1.5 %以下とすれば、PMD を $0.15 \text{ ps/km}^{1/2}$ 以下とすることができた。

15

また、ステップ S1 で堆積させるガラス層 23 の厚さは 1 mm 以上とし、出発パイプ 20 とガラス層 23 との厚さの合計(コアとなるガラス層を有するパイプの肉厚)は 8 mm 以下とすることが望ましい。形成するガラス層の厚さが 1 mm 未満では、400 km 以上の長い光ファイバを線引きできる光ファイバ母材を得ることが難しい。また、出発パイプ 20 とガラス層 23 との厚さの合計が 8 mm を超えると、ガラス層堆積時における堆積面の温度が堆積開始時と堆積終了時とで大きく異なってくる。そのため、添加物の濃度が所望の値からずれたりガラス層の厚さを均一にすることが困難となったりする。

くわえて、出発パイプ 20 とガラス層 23 との厚さの合計が大きくなると、良好なガラス層を堆積するためにバーナ 22 のトラバース速度をおそくしなければならない。第 19 図は、ガラスパイプの肉厚、バーナのトラバース速度と内付けしたガラス層の状態の関係を説明するグラフである。使用したパイプの直径は 42 mm、ガラス層の堆積速度は 1.5 g/分である。ここで、トラバース速度がおすぎると一層あたりのガラス微粒子の堆積量が多くなりすぎてガラス微粒子を透明化できないので、トラバース速度はガラスパイプの肉厚にかかわらず 100 mm/分以上とする必要がある。たとえば、肉厚が 5 mm のガラスパイプの内面にガラス微粒子を堆積する場合は、バーナを 100 mm/分以上 220 mm/分以下でトラバースさせれば表面の粗さが 10 nm という良好なガラス層が得られる。ガラスパイプの肉厚が 8 mm を超えると、トラバース速度をいくつにしても良好なガラス膜を得ることはできない。たとえば、ガラスパイプの肉厚が 10 mm の場合は、層の表面の粗さはせいぜい 100 nm である。

ガラス層の表面が粗くなると、光ファイバの伝送損失のうち B 値が大きくなる。このため、伝送損失の小さい光ファイバを作るためにも、出発パイプ 20 とガラス層 23 との厚さの合計が重要である。

第 5 図は、出発パイプを製造する方法の一例であるピアッキング法を説明する概念図である。第 5 図に示されるように、円柱状のシリカガラスロッド 30 を、このシリカガラスロッドを覆うように配されたヒータなどの加熱手段 31 の内部に挿入し、シリカガラスロッド 30 の一方の端部(第 5 図中左側端部)を加熱軟化させる。シリカガラスロッドは、ダイス 34 に挿通され、図示しない可動手段によって第 5 図中左側に送り込まれる。つぎに、シリカガラスロッド 30 の加熱軟化した端部における端面の中央に、窄孔治具 32 の頭部 33 を当接させる。そして、シリカガラスロッド 30 を送り込むとともに、頭部 33 をシリカガラスロッド 30 の内部に潜り込ませ、シリカガラスロッド 30 の軸方向に窄孔治具 32 の頭部 33 を貫通させることでシリカガラスパイプを得る。

第 16 図は、光が伝送する領域に 10 重量 ppb の鉄を含む光ファイバの吸収スペクトルを示すグラフである。第 16 図に示されるように、光が伝送する領域に微量でも不純物が混入すると、伝送帯域の損失が増加してしまう。このため、ピア

シング法によってパイプを製造する際には、窄孔冶具 32 として高純度、たとえば 99 重量%以上、の炭素棒を用いて、パイプ内壁における添加物以外の不純物濃度を低くすることが望ましい。こうすれば、シリカガラスパイプの開孔時に鉄、クロム、ニッケルなどの金属不純物などが混入するのを防止することができ、光ファイバの損失が増加することを防止できる。パイプ内壁における添加物以外の不純物濃度は 1 重量 ppm 以下となるようにすることが望ましい。不純物濃度は 10 重量 ppb 以下となるようにすることがより望ましい。ここで、パイプの内壁とは、パイプの内周面から深さ 1 mm までの領域を意味する。

なお、ピアシング法の代わりに、刃のついたドリルなどを用いてシリカガラスロッドを研削し開孔を設けてもよい。ただし、ピアシング法は開口速度が数十 mm/分と研削に比べて高速で加工を行うことができるほか、研削によるガラス材料の損失も避けることができる。

このようにして得られたガラスパイプは、内付け前に内面を気相エッチングすることが望ましい。こうすれば、パイプ内表面に付着している異物や OH 層等を除去することができる。

ステップ S1 では、ガラス層 23 を堆積させる速度は、0.4 g/分以上とすることが望ましい。より望ましくは、1.0 g/分以上である。これにより、低成本で光ファイバ母材、および、光ファイバを製造することができる。

MCVD 法の加熱源として、酸水素バーナ、抵抗炉、プラズマトーチ、または、誘導炉のいずれかを使用することができる。望ましくは、誘導炉、抵抗炉、または、プラズマトーチのいずれかを用いるとよい。これらの無水加熱源を使用すれば波長 1.4 μm 帯における OH 基の吸収に起因する損失の小さい光ファイバを製造することができる。抵抗炉、誘導炉を使用する場合は、炉内に乾燥ガスを充満させて加熱するとよい。プラズマトーチを使用する場合は、市販の吸着フィルタを通して露点を下げた酸素、チッ素、アルゴンまたはこれらの混合ガスを作用ガスとするとよい。

内付け法における堆積速度を増加させるためには、出発パイプの内部を十分に加熱することが必要である。そのためには出発パイプの肉厚を薄くすることが望ましい。ただし、加熱源として酸水素バーナを用いると加熱源自体が水分を

発生しながら出発パイプの外周を加熱するため、出発パイプの肉厚が薄いほど OH 基吸収が大きくなってしまう。

フッ素が添加された出発パイプを用いる場合は、無水加熱源を使用することが望ましい。たとえば、フッ素が添加された出発パイプあるいはフッ素を含まない出 5 発パイプ(両者とも外径 25 mm、内径 17 mm)いずれを使っても、無水加熱源を用いた場合は光ファイバとしたときの波長 1.38 μm における OH 基の吸収に起因する損失は 0.11 dB/km であった。一方、フッ素が 0.2 重量 ppm 添加された出 10 発パイプに酸水素バーナで内付けした場合は 1.38 μm における OH 基の吸収に起因する損失は 0.8 dB/km であり、フッ素を含まない出発パイプ(塩素添加濃度が 200 重量 ppm)に酸水素バーナで内付けした場合は 1.38 μm における OH 基の吸収に起因する損失は 0.5 dB/km であった。

このようにして作成されたガラスパイプを、中実化してガラスロッドとする(第 3 図ステップ S2)。ステップ S2 は、コアとなるガラス層を有するパイプの一端部を加熱して中実化する第 1 加熱工程と、一端部から他端へ向けて前記コアとなるガラス 15 層を有するパイプを加熱して中実化していく第 2 加熱工程とを有している。第 6 図は、第一加熱工程を説明する概念図、第 7 図は、第二加熱工程を説明する概念図である。

中実化する際には、第 6 図に示されるように、ガラスパイプ 24 のうち、ガラスロッドとして用いる有効部の端部付近を熱源(ここでは酸水素火炎を発生するバーナ 22 を例示)により加熱して、最初に中実化する。つづいて、第 7 図に示されるように、最初に中実化した箇所から他端に向けてバーナ 22 とガラスパイプとを相対移動させて、順次ガラスパイプを中実する。これにより、ガラスロッド 10 が作成される。

第 1 加熱工程における一端部の表面温度 T1 は、第 2 加熱工程におけるコア 25 となるガラス層を有するパイプの被加熱部分の表面温度 T2 より高温とすることが望ましい。たとえば、フッ素を 2 重量 ppm 含む出発パイプの場合には、T1=1250°C とし、T2=1150°C とするとよい。これにより、中実化開始時すなわちパイプの封止の際には素早く中実化するとともにその後の中実化時には適切な速度で中実化することができる。そのため、中心コアやガラスロッド全体の変形を抑え

て、コアやクラッドの非円化を抑制し、PMD の小さい光ファイバを得ることができる。

また、中実化する際に、中実化中のパイプ内部の絶対圧力が 10 kPa 以下で、中実化中のパイプ表面温度が 1000°C 以上で 1600°C 以下であることが望ましい。

5 パイプ内部を大気より減圧することで、パイプ内部の水分の存在量を減らし波長 1.4 μm 帯における OH 基の吸収に起因する損失を低減させることができるとともに、中実化速度を大きくすることができる。

中実化のための加熱源として、誘導炉、抵抗炉、酸水素火炎、または、プラズマトーチのいずれかを用いることができる。中でも、誘導炉、抵抗炉、プラズマトーチのいずれかの無水加熱源が好適である。とくに、フッ素添加シリカガラスパイプを出発パイプとした場合には、無水加熱源を用いることが望ましい。

10 上述したように、内付け時や中実化時に用いる熱源を無水加熱源とすることで、ガラスロッドの表面から深さ 1 mm までの部分に存在する OH 基の濃度を、10 重量 ppm 以下とすることができる。さらに、OH 基の濃度を、1 重量 ppm 以下とする 15 こともできる。また、OH 基の吸収に起因する損失を減らすために水分吸着したガラス層を除去する場合は、その除去量を減らすことが可能である。そのため、良好な光ファイバ母材、および、光ファイバを低成本で製造することができる。

第 20 図は、ガラスロッド表面の OH 基の濃度と 1.4 μm 帯における OH 基の吸収に起因する損失の関係を計算した結果を示すグラフである。ここで、ガラスロッド表面への光パワーのしみ出しは 2% と仮定した。OH 基の濃度を 10 重量 ppm 以下とすると波長 1.4 μm 帯における OH 基の吸収に起因する損失は 0.05 dB/km 以下となる。この値は低 OH ファイバとして要求される値に相当する。

20 加熱源としてとくに、誘導炉を用いることがより望ましい。第 8 図は、中実化に使う熱源の種類とコア楕円率の関係を示すグラフである。誘導炉は、パイプを全周から均等に加熱することができるため、一方側からのみ加熱する酸水素バーナに比してガラスを全周で均等に軟化でき、コア楕円率を低減させることができる。

ガラスパイプを中実化する際には、ガラスパイプの内部に、流量が 0.1 slm (standard liter/min) 以上の Cl₂ を導入し、パイプ表面温度を 800°C 以上として脱水、空焼きを行うことが望ましい。こうすれば、ガラスパイプ内壁に吸着されて

いる水分を除去することが可能である。また、中実化前にパイプ内面を気相エッティングすることが望ましい。こうすれば、パイプ表面に付着している異物や OH 層を除去することができる。

第 9 図は、六フッ化硫黄(SF₆)および塩素(Cl₂)からなる混合ガスの流量に対する SF₆と Cl₂の混合ガスの露点ならびに OH 基濃度の関係を示すグラフである。
5 第 9 図中、曲線 27A は、混合ガスの流量に対する露点の関係を示し、曲線 27B は、混合ガスの流量に対する OH 基濃度の関係を示している。第 9 図に示される
ように、SF₆および Cl₂からなる混合ガス流量を増加させることで、露点を低減させ
10 ることができ、OH 基濃度を低減させることができる。これは、混合ガス流量が大き
いほうが下流側から水分が拡散するのを防ぐことができるからである。使用するガ
ス自体に含まれる水分も 10 ppb 未満であることが望ましい。エッティング時には、
Cl₂を 0.1 slm 以上、SF₆を 50 sccm (standard cubic centimeter/minute)以上
流し、パイプ表面温度を 1500°C 以上とすることが望ましい。こうすれば、パイプ表
面に付着している異物や OH 層を除去することができる。

15 光ファイバ母材のコア楕円率が高いと線引きした後の PMD が大きくなり、伝送
信号の品質を劣化する。また、ガラスロッドの中心軸上に気泡が多く含まれると、
線引き工程等の後の加熱工程において気泡が膨張し、中心コアをふさいで信
号光の伝送損失が高くなったり、あるいは導波しなくなったりする。また、光ファイ
バにおいて気泡が多く存在する箇所では機械的強度も低下する。

20 そこで、中実化により得られたガラスロッドは、構造検査として気泡の数の測定
およびコア楕円率測定を行う(第 3 図ステップ S3)。ガラスロッドの中心軸上に存
在する気泡の数が 10 mmあたり 1 個より多かったり、コア楕円率が 0.4 %より大
きいものについては、線引き工程において不都合が生じると判断して(ステップ S4)
25 使用しない(ステップ S5)。またここで、内付け法により堆積した部分の楕円率が
1.5 %より大きいものについても、後工程において不都合が生じると判断して使用
しないとさらによい。

第 10 図は、ガラスロッド中の気泡の数を測定する方法を説明する概念図である。
ガラスロッド 10 に対して、一方向からハロゲンランプなどの光源 L を使用して光を
照射し、その際、ガラスロッド 10 の中心軸 X 上に存在する気泡 B の数を目視に

よって測定する。そして、ガラスロッド 10 の中心軸上に 10 mmあたり 1 個以上気泡 B が存在する場合、その気泡 B が存在する領域 D を廃却する。

第 11 図は、ガラスロッドのコア槽円率と光ファイバ母材のコア槽円率との関係を示すグラフである。第 11 図に示されるように、ガラスロッドのコア槽円率が 0.4 % を超えるガラスロッドは、ジャケット部の形成などの高温処理工程が原因で光ファイバ母材のコア槽円率が 1.5 %を超える。また、ガラスロッドのうち、内付け法により堆積した部分の槽円率を 1.5 %以下とすれば、光ファイバ母材のコア槽円率も 1.5 %以下としやすい。

第 12 図は、光ファイバ母材のコア槽円率と光ファイバの PMD との関係を示すグラフである。第 12 図に示されるように、コア槽円率が 1.5 %を超える光ファイバ母材は、PMD が $0.15 \text{ ps/km}^{1/2}$ を超える光ファイバになりやすい。一般に、40 Gb/s を超えるような高速の光通信には PMD が $0.15 \text{ ps/km}^{1/2}$ 以下の光ファイバが求められている。コア槽円率が 0.4 %以下のガラスロッドのみを用いることで、高速な光通信に適用可能で、PMD が良好な光ファイバを効率良く製造することができる。

構造検査を経たガラスロッドは、その外周を火炎研磨するとよい(第 3 図ステップ S6)。火炎研磨することによって、ガラスロッドの表面層を気化させて、表面の傷やひずみを除去したり、表面に付着した異物を除去したりして、高品質のガラスロッドを得ることができる。

加えて、所望のコア径および外径で設計どおりの特性を有する光ファイバを製造するために、ガラスロッドの外周に外部クラッドとなるジャケット部を形成する(第 3 図ステップ S7)。ジャケット部は、ガラスロッドの外周に光がほとんどしみ出さぬよう適切に設計される。そのため、ジャケット部は低コスト化が可能な VAD 法、OVD 法、複数バーナによる外付け法などによって製造すればよい。

以上示した工程により、製造は終了(第 3 図ステップ SE)し、所望の屈折率プロファイルを有するとともに OH 基の吸収に起因する損失が小さい光ファイバを製造可能な光ファイバ母材を得ることができる。

このようにして得られた光ファイバ母材を線引きする際には、光ファイバをねじりながら線引きすることが望ましい。こうすれば、PMD を低減することができる。また、

線引きする際には光ファイバにかかる張力を 30 g 以上で 300 g 以下とすることが望ましい。これにより、光ファイバ線引き後の特性変動を抑制することができる。

また、線引き後のガラス径は 90 μm 以上で 250 μm 以下であることが望ましい。

90 μm 以上で 150 μm 以下であることがより望ましい。光ファイバの径を太くするこ
5 とで、マイクロベンドの影響を受けにくい光ファイバを得ることができる。

さらに、光ファイバは波長 1.38 μm における OH 基の吸収に起因する損失が 0.2 dB/km 以下であることが望ましく、0.1 dB/km 以下であることがより望ましい。さらに、0.05 dB/km 以下あるいは 0.01 dB/km 以下であるとさらに望ましい。上述したように、無水プロセスを内付け時や中実化時に用いることによって OH 吸
10 収損失の小さい光ファイバを製造することができる。

第 3 図ステップ S7 に替えて、ジャケットパイプにガラスロッドを挿入して一体化と同時に線引きすることもできる。この場合、OVD 法によってガラス微粉末を堆積、透明化し、ピアシング法によって孔開けして作成したパイプをジャケットパイプとして使用する。

15 第 13 図は、ジャケットパイプにガラスロッドを挿入して一体化しながら線引きする方法を説明する概念図である。ガラスロッド 10 を円筒形状のジャケットパイプ 40 に挿通した状態でガラスロッド 10 およびジャケットパイプ 40 をともにヒータなどの加熱手段 41 によって加熱する。ヒータの下端部側（第 13 図の下側部分）が上端部側より高温になるように設定される。その後、ガラスロッド 10 およびジャケ
20 ットパイプ 40 の下方側端部を加熱して一体化しつつ、溶融させ、下方へ張力を付与して線引きし、光ファイバ F を得る。また、線引き中において、ガラスロッド 10 およびジャケットパイプ 40 は第 13 図中矢印の方向に送り込まれる。なお、加熱手段 41 として、抵抗体に電流を流して加熱するヒータを例にとり説明したが、誘導電流を生じさせて加熱するサセプタや、プラズマを用いてもよい。複数のヒータ
25 をガラスロッド 10 の軸方向（第 13 図の上下方向）に並べてもよい。このように、ジャケットパイプにガラスロッドを挿入して線引きする工程を行うことで、外部クラッドに光がしみ出す構造にしても界面に水分を付加することができないので、OH 吸收の小さい光ファイバを容易に製造することができる。

実施例 1

実施例 1 は、第 2 図に示される屈折プロファイルを有する光ファイバ母材および光ファイバの製造方法である。実施例 1 で製造する光ファイバ母材の比屈折率差 Δc 、 Δd_1 、 Δr 、 Δd_2 はそれぞれ 0.50 %、-0.30 %、0.27 %、-0.15 % である。

5 また、第 1 ディプレスト部 13 の外径 $2d_1$ に対する中心コア 14 の径 $2c$ の比 R_a は、0.66 であり、リング部 12 の外径 $2r$ に対する第 1 ディプレスト部 13 の外径 $2d_1$ の比 R_b は、0.57 であり、第 2 ディプレスト部 11 の外径 $2d_2$ に対するリング部 12 の外径 $2r$ の比 R_c は、0.50 である。実施例 1 で製造する光ファイバで、第 2 ディプレスト部 11 より外側の部分を伝搬する光の割合は 2% である。

10 このような光ファイバ母材を製造するため、まず、第 2 ディプレスト部 11 となる出発パイプとして、VAD 法とピアシング法により作成した。この出発パイプは、外径 32 mm、内径 26 mm、長さ 1900 mm であり、純シリカガラスに対する比屈折率差が -0.15 % であるフッ素が添加されたシリカガラスパイプである。この出発パイプに含まれる OH 基は 0.01 重量 ppm 以下であった。また、このパイプは、偏肉率の 15 全長にわたる平均値が 0.3 % 以下で、パイプ偏心、外径楕円率および内径楕円率それぞれの全長にわたる平均値が 1 % 以下となるようにした。

次いで、出発パイプの内側に SF_6 と Cl_2 の混合ガスを流して加熱することで気相エッチングを施した。そして、MCVD 法により、上記の屈折率プロファイルとなるように、ゲルマニウムを含むリング部 12、フッ素を含む第 1 ディプレスト部 13、グルマニウムを含む中心コア 14 となるべきガラス層を堆積させた。その際の堆積速度は、2 g/分とした。

20 MCVD 法において 2 g/分でガラスを堆積するには、バーナの移動速度を、たとえば 150 mm/分と大きくし、この移動速度においてガラス微粒子を厚く堆積させ、堆積したガラス微粒子を透明化することが必要である。そのためには、パイプの変形を抑えつつ、パイプを広い範囲（たとえば 50 mm 以上）で高温（たとえば 25 2200°C）に加熱することが重要である。プラズマバーナ、誘導炉、抵抗炉では、投入する電力を増やして発熱量を増やすことができ、炉体の設計を工夫することで加熱領域を広くできるので、酸水素バーナと比べ比較的容易に上記の問題を解決できる。さらに、誘導炉、あるいは、抵抗炉の場合は、パイプを外周すべ

ての方向から加熱できる。また、プラズマトーチの場合は、噴出するガスの流量を酸水素バーナの場合の 1/10~1/100 まで小さくできる。このため、これらの熱源はパイプの変形を抑えることが可能であり、高速でガラス体積を行う際にさらに有利である。

つづいて、このガラスパイプを中実化して、ガラスロッド 10 とした。ガラスロッドの直徑は 12.5 mm、楕円率は 0.2 %、長さは 1800 mm であった。ガラスロッド 10 中の気泡の数を第 10 図で説明した方法によって測定すると、中心軸上の気泡数が長さ 10 mmあたり 3 個発生した部分があり、この部分を廃却した。ガラスロッド 10 のコア楕円率、コア偏心率は 0.1 %と良好であった。ガラスロッド 10 に対して、外周面を火炎研磨した。

次いで、外部クラッド 15 を形成した。この外部クラッド 15 は、VAD 法によって堆積速度 100 g/分でドーパントを含まないシリカからなるガラス微粒子を堆積し、透明化させて形成した。外部クラッド 15 は、長さを 1280 mm とし、その外径が、ガラスロッド 10 の径の 2.9 倍となるように作成した。さらに、外部クラッド 15 を形成した後のコア楕円率は 0.1 %であり、外部クラッド 15 の外径の楕円率は 0.2 %であった。

このようにして得られた光ファイバ母材を線引きし光ファイバを製造した。線引き速度は 1200 m/分、線引き張力は 50 g とし、線引き直後の光ファイバをねじりながら線引きした。一つの光ファイバ母材から得られた光ファイバの長さは、685 km であった。光ファイバの特性を調べたところ、PMD は 0.11 ps/km^{1/2}、B 値は 0.01 dB/km 以下であった。本実施例によれば、大型の光ファイバ母材を高速に合成し、低コストな光ファイバ用母材を作成することができた。

実施例 2

実施例 2 では、実施例 1 の製造方法において、ガラスロッドの周囲にジャケット部を形成して光ファイバ母材を製造することをせずに、ガラスロッドとジャケットパイプを組み合わせてロッドイン線引きを行った。ジャケットパイプは実施形態で説明したもので、外径が 130 mm、内径が 31 mm であった。線引きの条件は、実施例 1 と同様とした。

ロッドイン線引きは、ジャケット部の形成にスス付けを併わざ界面において加水分解反応を伴う水分拡散を生じることがないため、ジャケット界面に光がしみ出す設計のファイバでも OH 基の吸収に起因する損失を低く抑えることができる。さらに、ジャケットパイプを高速合成により作成することで、低コストで良好な特性の
5 光ファイバを得ることができる。これにより、波長 1.38 μm における OH 基の吸収損失は、0.05 dB/km と、良好な特性を有する光ファイバを得ることができた。

実施例 3

実施例 3 は、第 17 図に示される屈折プロファイルを有する光ファイバ母材および光ファイバの製造方法である。第 17 図は、5 重クラッド光ファイバ用の光ファイバ母材の屈折率プロファイルを示している。第 17 図の光ファイバ母材において、中心コア 51、第 1 ディプレスト部 52、第 1 リング部 53、第 2 ディプレスト部 54、第 2 リング部 55、外部クラッド 56 それぞれの屈折率を Nc、Nd1、Nr1、Nd2、Nr2、No で表す。また、各屈折率 Nc、Nd1、Nr1、Nd2、Nr2 の外部クラッドの屈折率 No を基準とした比屈折率差を、それぞれ、△c、△d1、△r1、△d2、△r2 で表す。各比屈折率差△c、△d1、△r1、△d2、△r2 それぞれは 0.5 %、-0.3 %、0.27 %、
10 -0.15 %、0.17 % であり、Nc > Nr1 ≥ Nr2 > No > Nd2 ≥ Nd1 の関係が成り立つ。
15 No を基準とした比屈折率差△c、△d1、△r1、△d2、△r2 で表す。各比屈折率差△c、△d1、△r1、△d2、△r2 それぞれは 0.5 %、-0.3 %、0.27 %、
-0.15 %、0.17 % であり、Nc > Nr1 ≥ Nr2 > No > Nd2 ≥ Nd1 の関係が成り立つ
20 ている。

また、第 1 ディプレスト部 52 の外径 d1 に対する中心コア 51 の径 51c の比は
20 0.6 であり、第 1 リング部 53 の外径 53r に対する第 1 ディプレスト部 52 の外径 52d の比は 0.63 であり、第 2 ディプレスト部 54 の外径 54d に対する第 1 リング部 53 の外径 53r の比は 0.61 であり、第 2 リング部 55 の外径 55r に対する第 2 ディプレスト部 54 の外径 54d の比は 0.7 である。

この 5 重クラッド光ファイバ用の光ファイバ母材を製造するには、第 2 リング部
25 55 となる部分を出発パイプとして、第 2 ディプレスト部 54、第 1 リング部 53、第 1 ディプレスト部 52、中心コア 51 となるガラス層を順に内付けする。そして、そのガラスパイプをコラップス法により中実化する。その他は、実施形態に記載した方法で光ファイバ母材および光ファイバを製造することができる。

実施例 4

実施例 4 は、第 18 図に示される屈折プロファイルを有す光ファイバ母材および光ファイバの製造方法である。第 18 図は、6 重クラッド光ファイバ用の光ファイバ母材の屈折率プロファイルを示している。第 18 図の光ファイバ母材において、中
5 心コア 61、第 1 ディプレスト部 62、第 1 リング部 63、第 2 ディプレスト部 64、第 2 リング部 65、第 3 ディプレスト部 66、外部クラッド 67 それぞれの屈折率を Nc、Nd1、Nr1、Nd2、Nr2、Nr3、No で表す。また、各屈折率 Nc、Nd1、Nr1、Nd2、Nr2、Nr3 の外部クラッドの屈折率 No を基準とした比屈折率差を、それぞれ、 Δc 、 $\Delta d1$ 、 $\Delta r1$ 、 $\Delta d2$ 、 $\Delta r2$ 、 $\Delta r3$ で表す。各比屈折率差 Δc 、 $\Delta d1$ 、 $\Delta r1$ 、 $\Delta d2$ 、
10 $\Delta r2$ 、 $\Delta r3$ それぞれ 0.5 %、-0.3 %、0.27 %、-0.15 %、0.17 %、-0.15 % であり、
 $Nc > Nr1 \geq Nr2 > No > Nd3 \geq Nd2 \geq Nd1$ の関係が成り立っている。

また、第 1 ディプレスト部 62 の外径 62d に対する中心コア 61 の径 61c の比は 0.6 であり、第 1 リング部 63 の外径 63r に対する第 1 ディプレスト部 62 の外径 62d の比は 0.63 であり、第 2 ディプレスト部 64 の外径 64d に対する第 1 リング部 63 の外径 63r の比は 0.61 であり、第 2 リング部 65 の外径 65r に対する第 2 ディプレスト部 64 の外径 64d の比は 0.7 であり、第 3 ディプレスト部 66 の外径 66d に対する第 2 リング部 65 の外径 65r の比は 0.77 である。

この 6 重クラッド光ファイバ用の光ファイバ母材を製造するには、第 3 ディプレスト部 67 となる部分を出発パイプとして、第 2 リング部 65、第 2 ディプレスト部 64、
20 第 1 リング部 63、第 1 ディプレスト部 62、中心コア 61 となるガラス層を順に内付けする。そして、そのガラスパイプをコラップス法により中実化する。その他は、実施形態に記載した方法で光ファイバ母材および光ファイバを製造することができる。

25 このように、5 重クラッド光ファイバおよび 6 重クラッド光ファイバに限らず、多層からなるクラッドを有する光ファイバを上記の方法によって製造することができる。ディプレスト部およびリング部がそれぞれ複数存在する場合には、各ディプレスト部の屈折率が外部クラッド層の屈折率よりも小さく、かつ、各リング部の屈折率が外部クラッド層の屈折率よりも大きいとする。このとき、中心コアの屈折率 Nc、

ディプレスト部の屈折率 Nd、リング部の屈折率 Nr および外部クラッド層の屈折率 No は、 $N_c > Nr > No > Nd$ の関係を満たす。

上記すべての実施例において、ジャケット層の合成法として上記に述べた以外にも VAD/複数バーナによる外付け法を使用し、堆積したガラス微粒子を脱水・透明化することで得ることもできる。

日本特許出願 2003-291344(2003 年 8 月 11 日出願)の明細書、クレーム、図面、要約書を含むすべての開示は、本明細書に統合される。

産業上の利用可能性

本発明によれば、出発パイプの内側に屈折率の異なる複数のガラス層を堆積させた後、得られたガラスパイプを中実化してガラスロッドとする工程を有する光ファイバ母材の製造方法につき、所望の屈折率プロファイルを得るとともに OH 基の吸収に起因する損失の増加を抑制することができる。

請求の範囲

1. 外径が 20 mm 以上 150 mm 以下であり、肉厚が 2 mm 以上 8 mm 以下であるシリカガラス製の出発パイプの内側に、フッ素、ゲルマニウム、リン、塩素のいずれかを含むコアとなるガラス層およびクラッドの一部となるガラス層を内付け法により堆積させ前記コアとなるガラス層を有するパイプとし、
5 前記コアとなるガラス層を有するパイプを中実化して、表面から深さ 1 mm までの部分に存在する水酸基の濃度が 10 重量 ppm 以下であるガラスロッドとする光ファイバ母材の製造方法。
- 10 2. 請求の範囲第 1 項記載の光ファイバ母材の製造方法において、
前記水酸基の濃度は、1 重量 ppm 以下である。
3. 請求の範囲第 1 項記載の光ファイバ母材の製造方法において、
前記出発パイプは、フッ素が添加されたシリカガラス製のパイプである。
4. 請求の範囲第 1 項記載の光ファイバ母材の製造方法において、
15 前記出発パイプは、ガラス微粒子を堆積させてその後脱水透明化して作成したものであり、出発パイプに存在する水酸基の濃度は 0.01 重量 ppm 以下である。
5. 請求の範囲第 1 項記載の光ファイバ母材の製造方法において、
前記出発パイプの偏肉率は、全長にわたって 0.3 % 以下である。
- 20 6. 請求の範囲第 1 項記載の光ファイバ母材の製造方法において、
前記出発パイプの内径、および、外径の楕円率は 1 % 以下である。
7. 請求の範囲第 1 項記載の光ファイバ母材の製造方法において、
前記内付け法は MCVD 法であり、前記ガラス層を堆積させる速度は 0.4 g/
25 分以上である。
8. 請求の範囲第 7 項記載の光ファイバ母材の製造方法において、
前記速度は、1.0 g/分以上である。
9. 請求の範囲第 1 項記載の光ファイバ母材の製造方法において、
前記コアとなるガラス層の厚さ、および、前記クラッドの一部となるガラス層の厚さの合計は 1 mm 以上であり、

前記コアとなるガラス層を有するパイプの肉厚は 8 mm 以下である。

10. 請求の範囲第 1 項記載の光ファイバ母材の製造方法において、

前記ガラスロッドのコアの楕円率は 0.4 % 以下であり、

前記ガラスロッドの中心軸上の気泡数は長さ 10 mmあたり 1 個以下である。

5 11. 請求の範囲第 1 項記載の光ファイバ母材の製造方法において、

前記ガラスロッドの前記内付け法により堆積した部分の楕円率は 1.5 % 以下
であり、

前記ガラスロッドの中心軸上の気泡数は長さ 10 mmあたり 1 個以下である。

12. 請求の範囲第 1 項記載の光ファイバ母材の製造方法において、

10 前記中実化は、前記コアとなるガラス層を有するパイプの一端部を加熱して
中実化する第 1 加熱工程と、前記一端部から他端へ向けて前記コアとなる
ガラス層を有するパイプを加熱して中実化していく第 2 加熱工程とを有し、
前記第 1 加熱工程における一端部の表面温度 T1 は、前記第 2 加熱工程
における前記コアとなるガラス層を有するパイプの被加熱部分の表面温度
15 T2 より高温である。

13. 請求の範囲第 7 項記載の光ファイバ母材の製造方法において、

前記 MCVD 法の加熱源は、誘導炉、抵抗炉、プラズマトーチのいずれかで
ある。

14. 請求の範囲第 1 項記載の光ファイバ母材の製造方法において、

20 前記中実化のための加熱源は、誘導炉、抵抗炉、プラズマトーチのいずれ
かである。

15. 請求の範囲第 1 項記載の光ファイバ母材の製造方法によって製造された光
ファイバ母材を線引きする光ファイバの製造方法。

16. 請求の範囲第 15 項記載の光ファイバの製造方法において、

25 前記線引き工程は、前記ガラスロッドをジャケットパイプに挿入し、前記ガラ
スロッドと前記ジャケットパイプとを加熱して一体化させながら線引きする。

17. 請求の範囲第 16 項記載の光ファイバの製造方法において、

前記ジャケットパイプは、ガラス微粒子を堆積させてその後脱水透明化して
作成したものであり、前記ジャケットパイプに存在する水酸基の濃度は 0.01

重量 ppm 以下である。

18. 請求の範囲第 15 項記載の光ファイバの製造方法を用いて製造された光ファイバ。

19. 請求の範囲第 18 項記載の光ファイバにおいて、

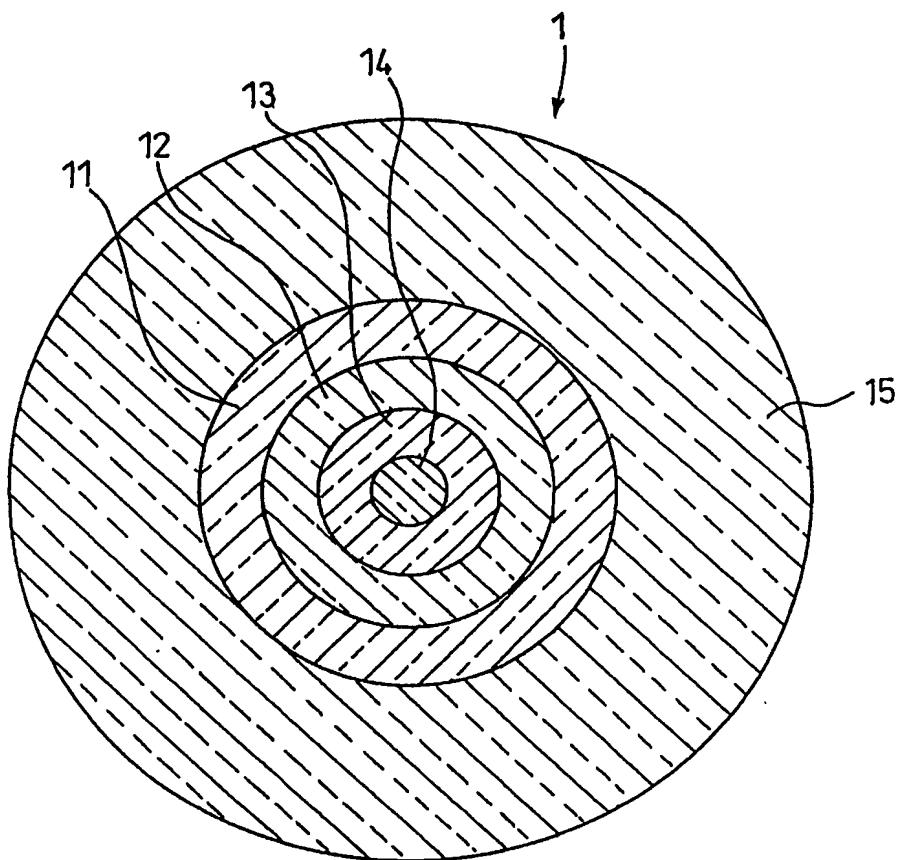
5 偏波モード分散は、 $0.15 \text{ ps/km}^{1/2}$ 以下である。

20. 請求の範囲第 18 項記載の光ファイバにおいて、

波長 $1.38 \mu\text{m}$ における水酸基による吸収損失は、 0.2 dB/km 以下である。

1 / 13

FIG. 1



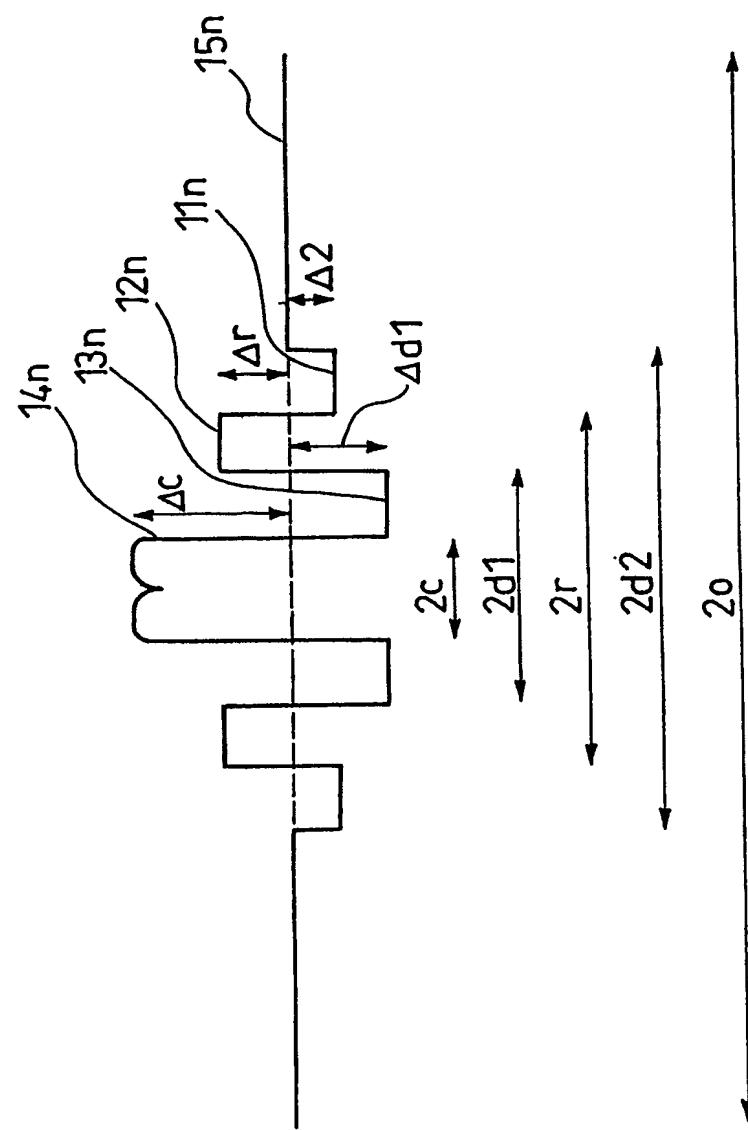
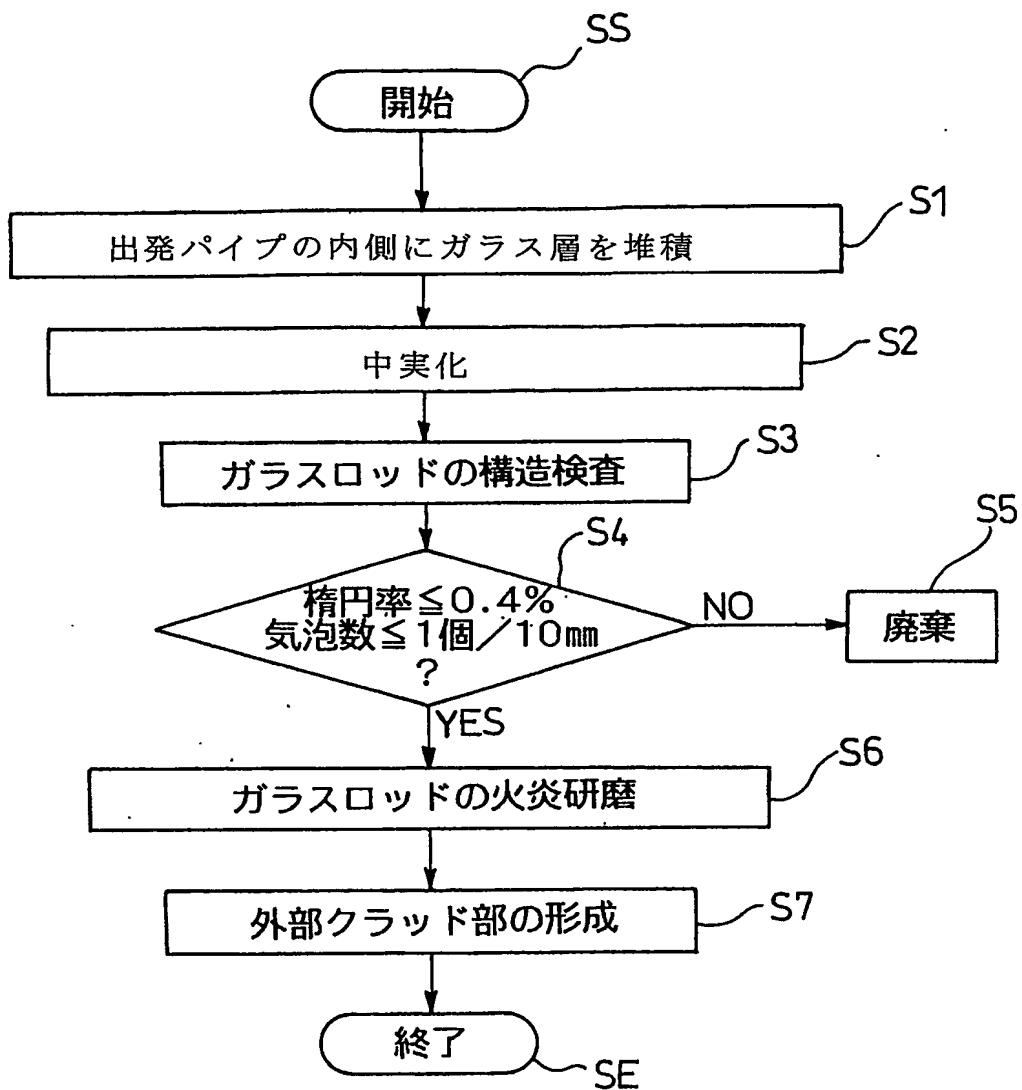


FIG. 2

FIG. 3



4/13

FIG. 4

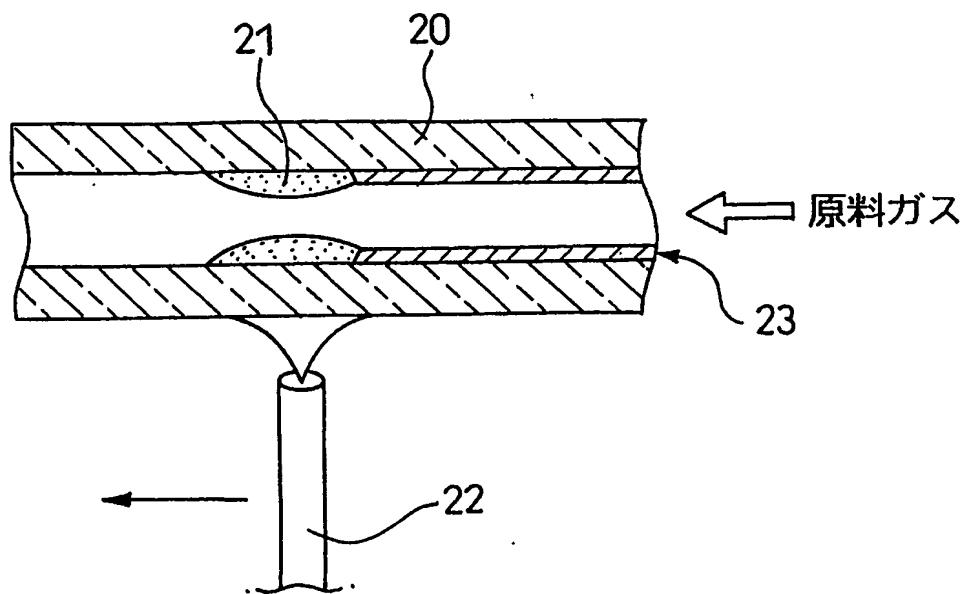
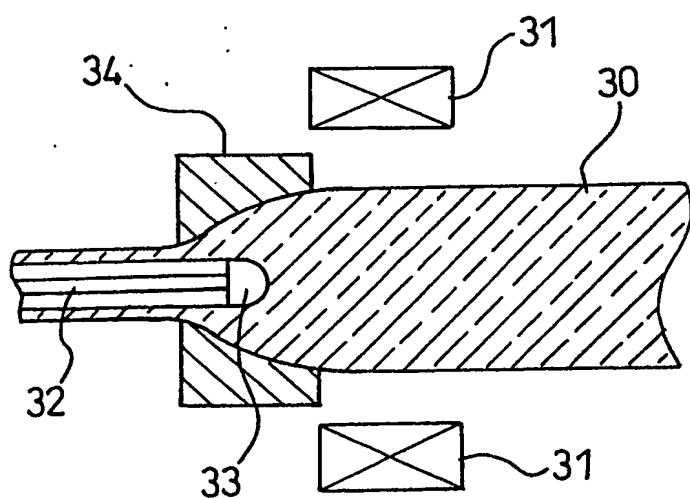


FIG. 5



5 / 13

FIG. 6

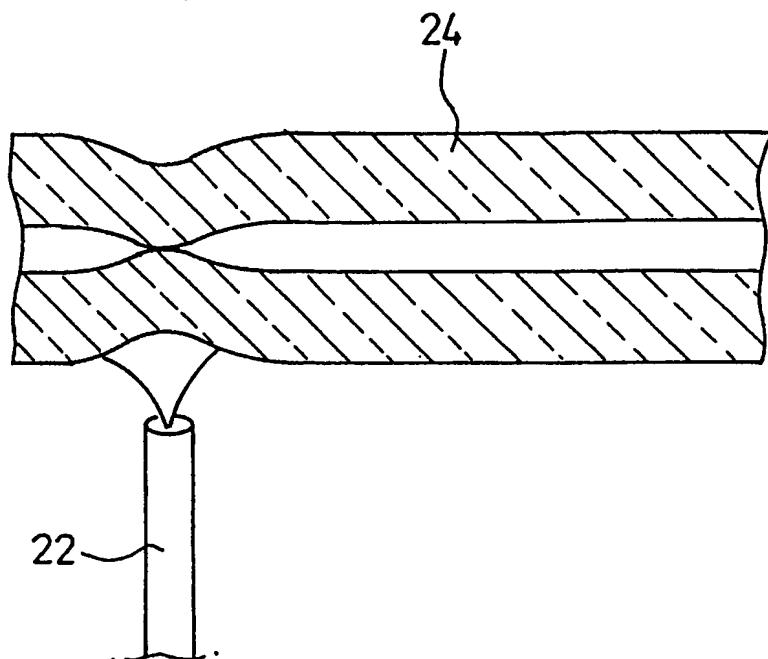
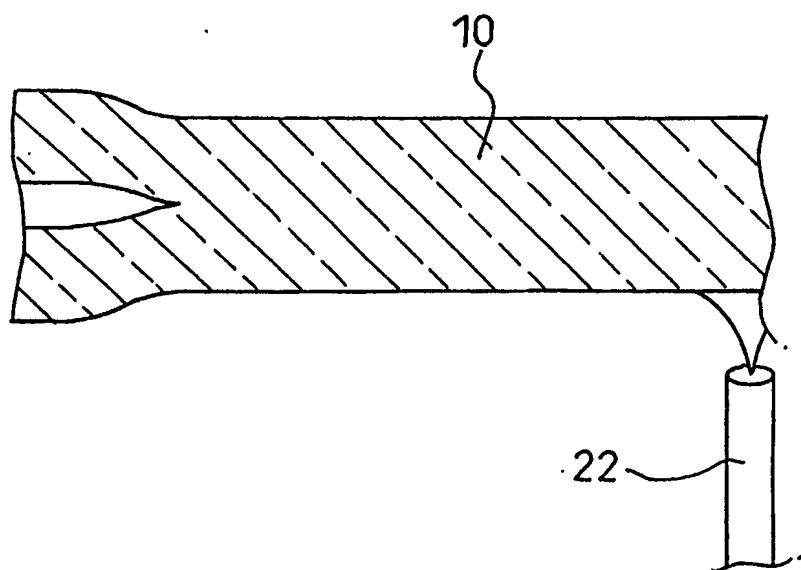


FIG. 7



6/13

FIG. 8

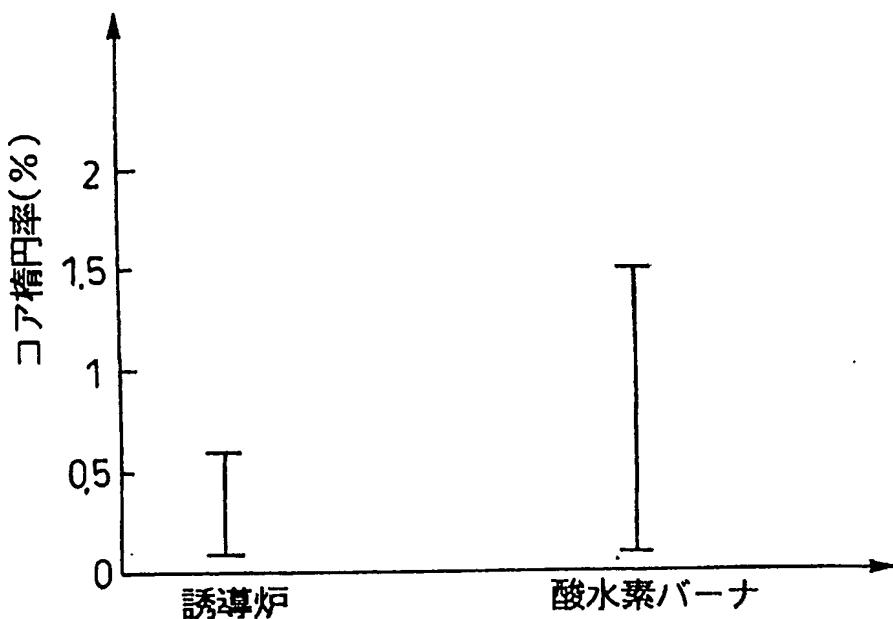
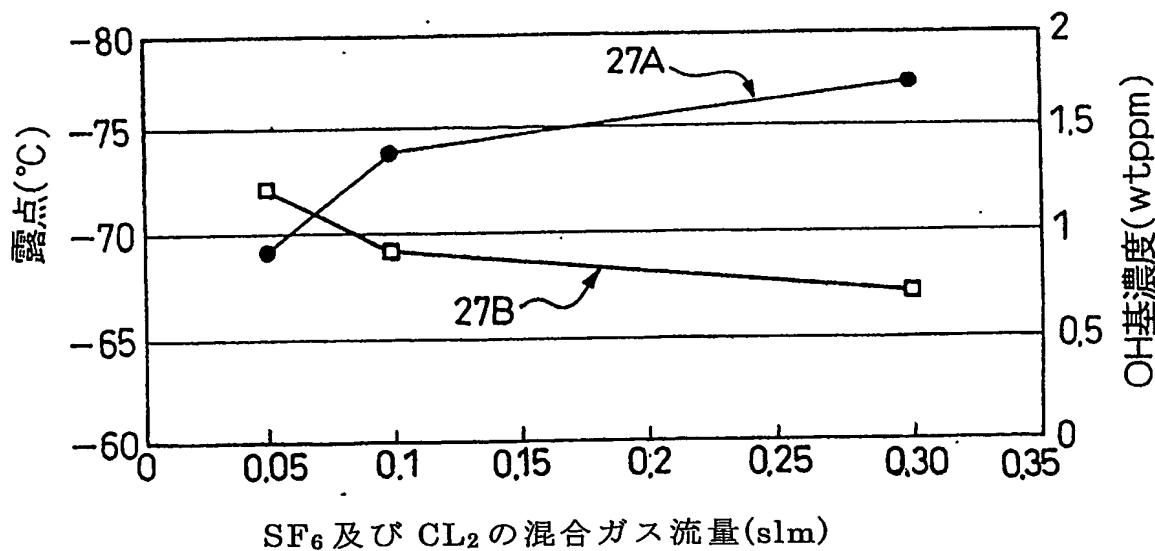


FIG. 9



7/13

FIG. 10

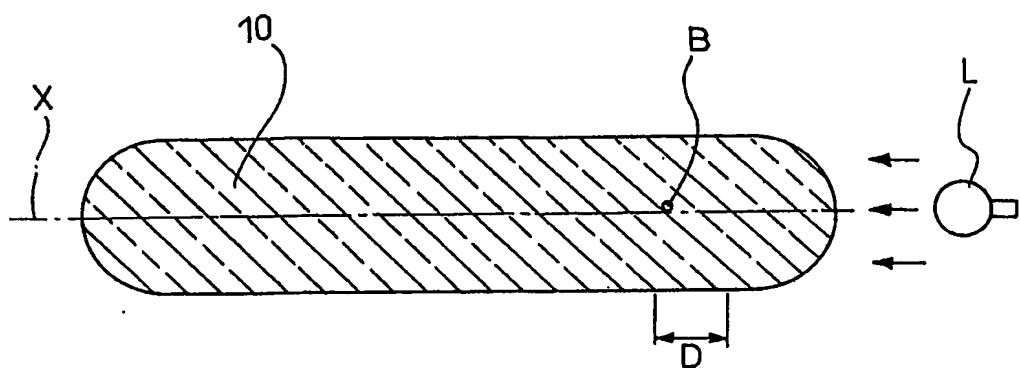
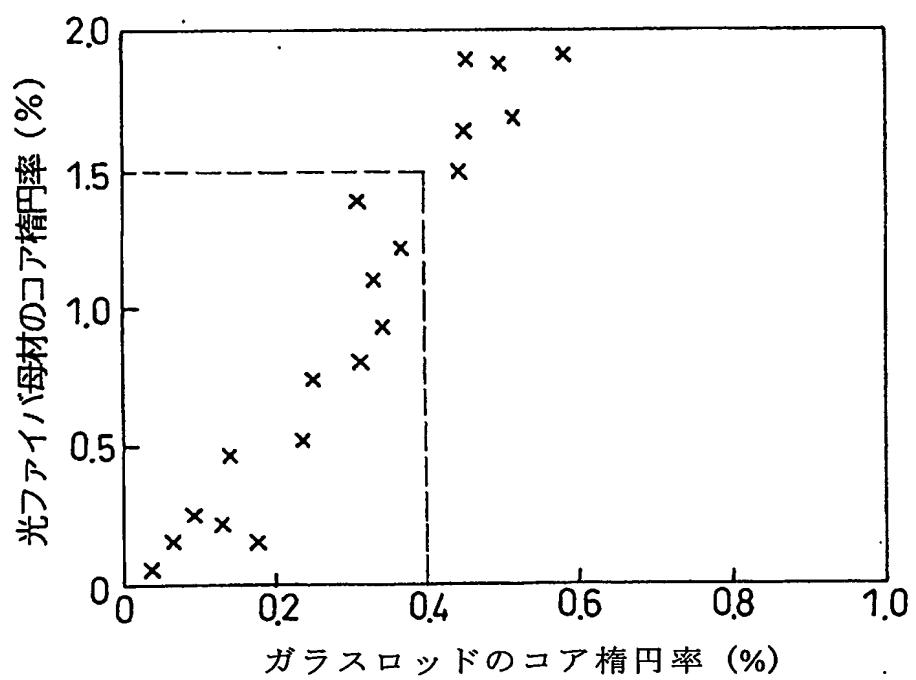


FIG. 11



8 / 13

FIG. 12

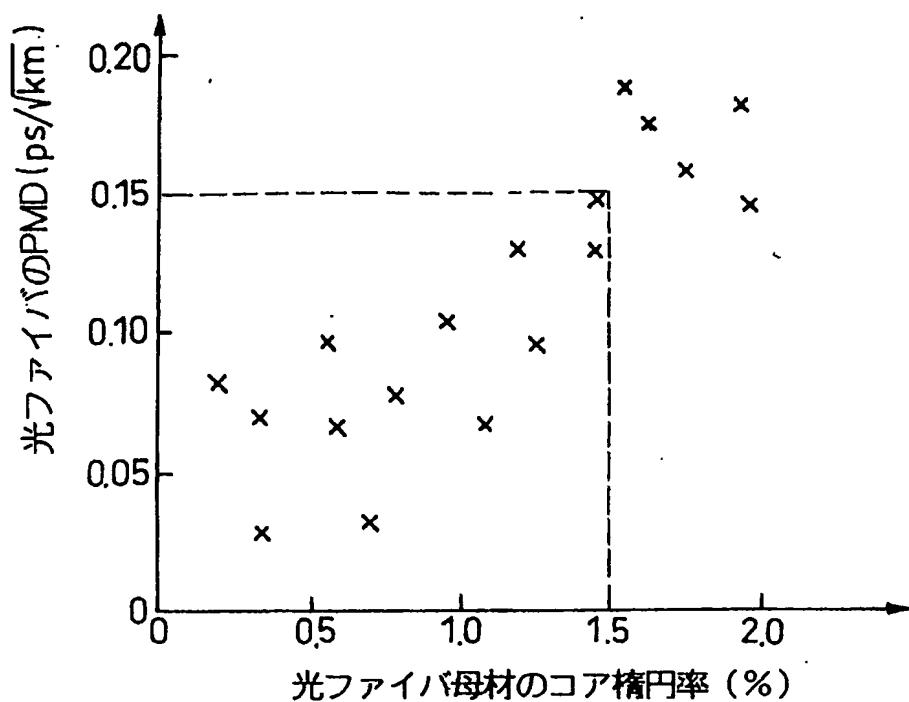


FIG. 13

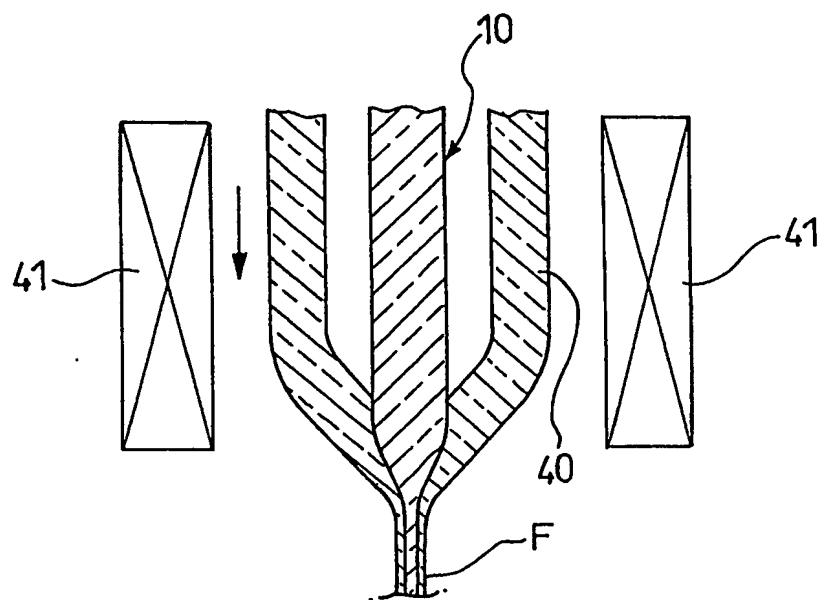


FIG. 14

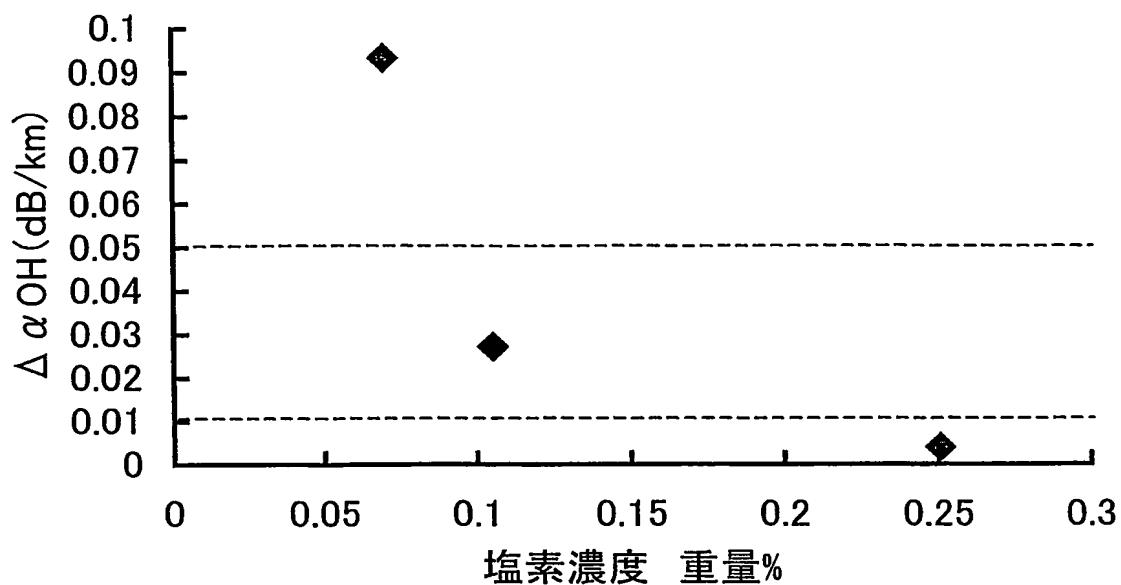
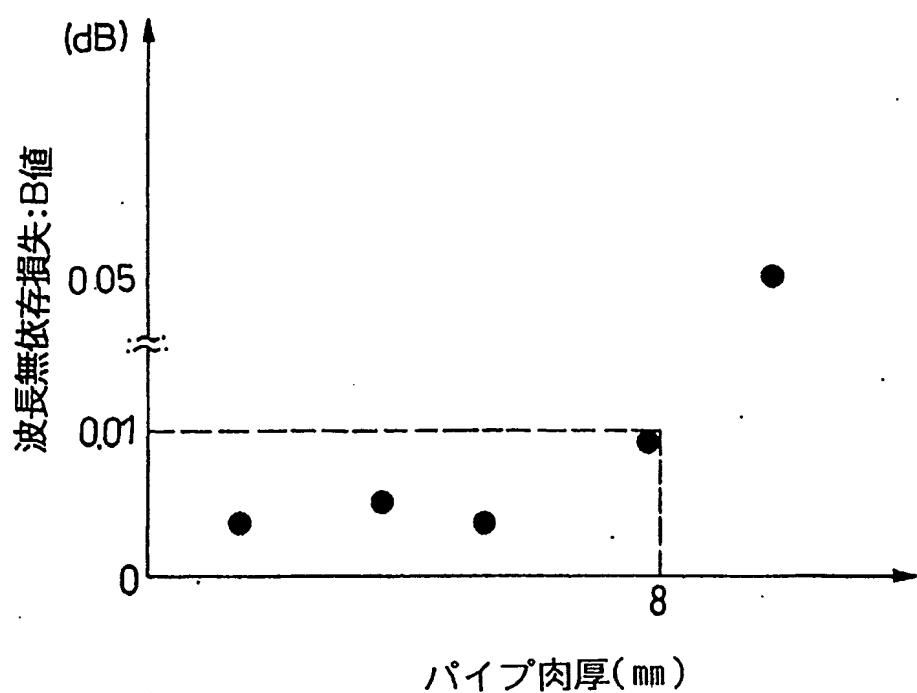


FIG. 15



10/13

FIG. 16

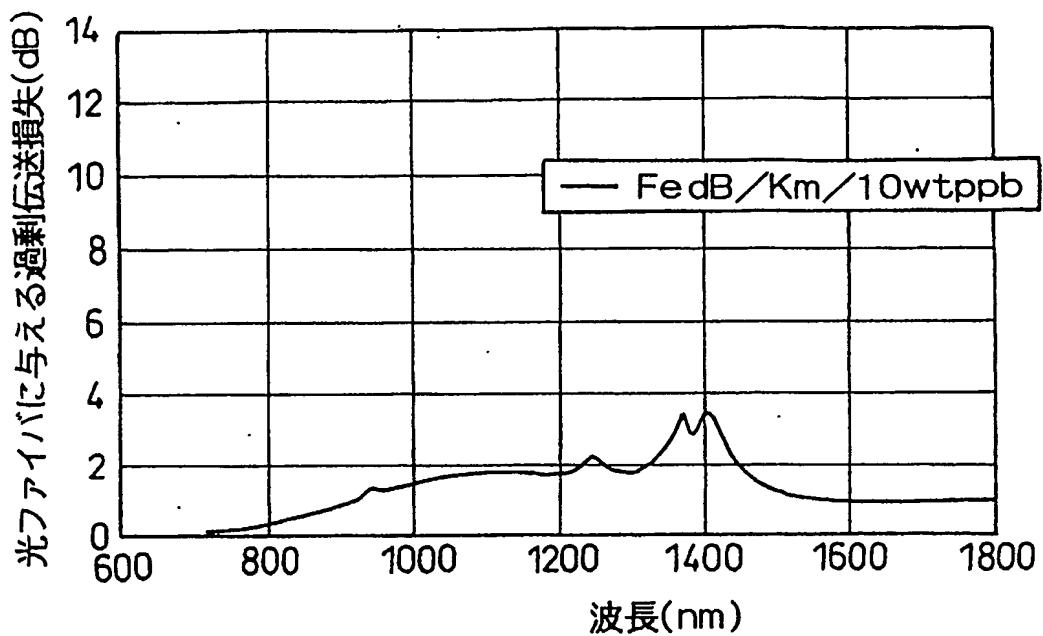


FIG. 17

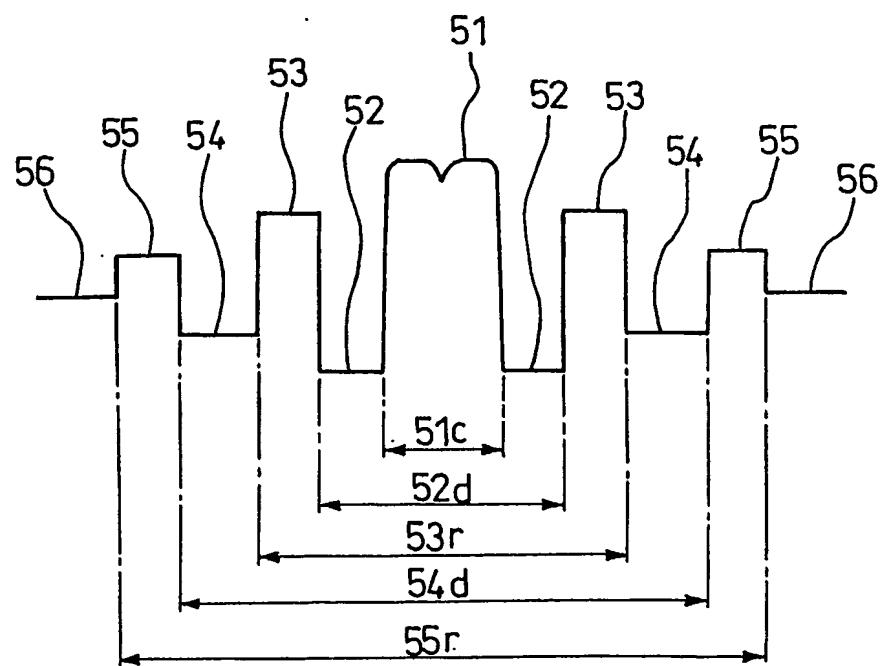
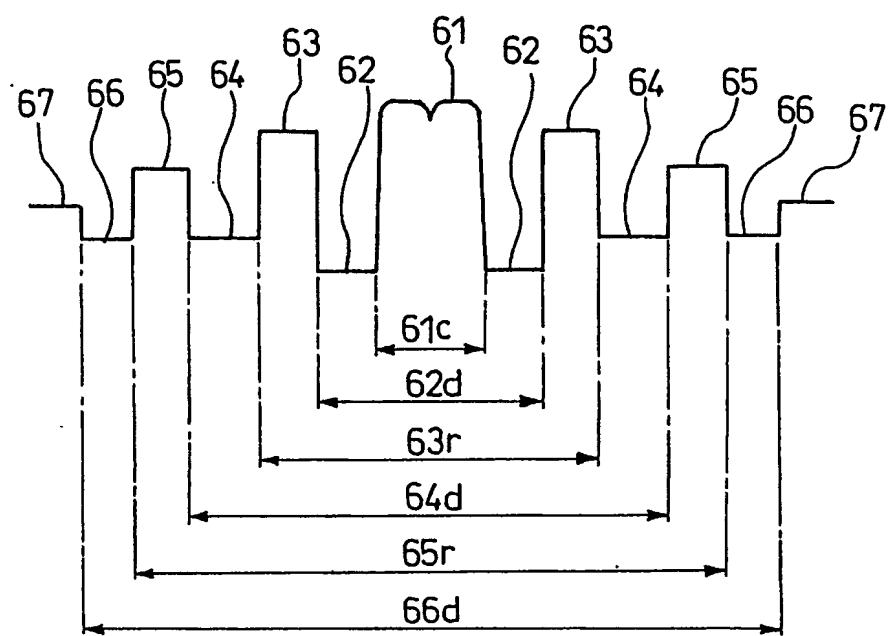
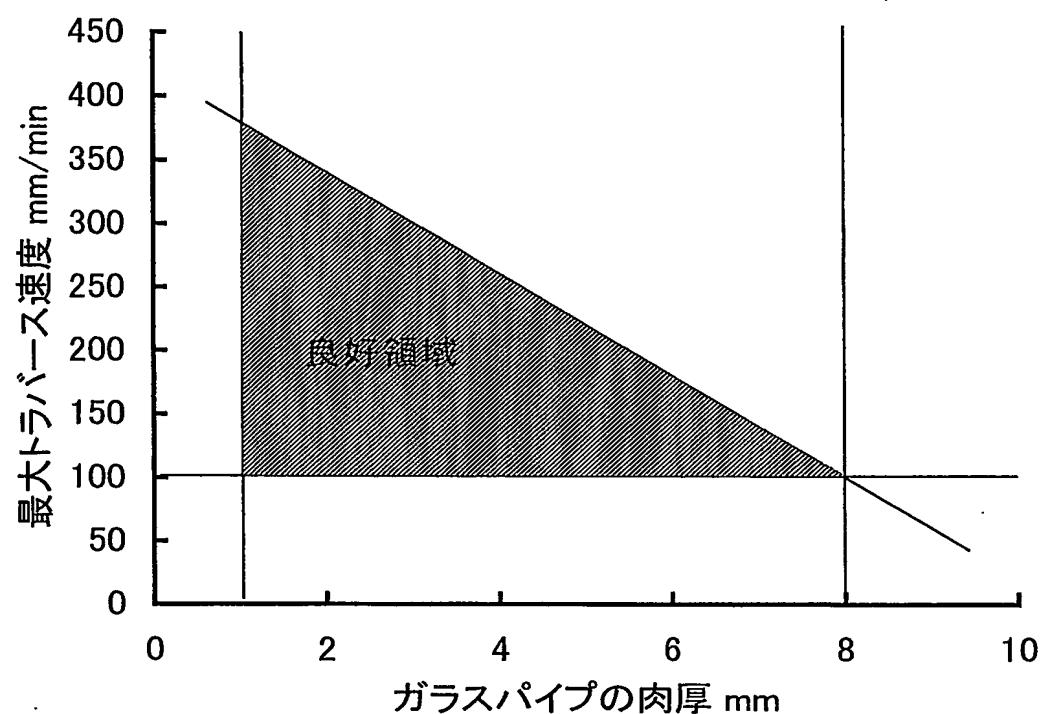


FIG. 18



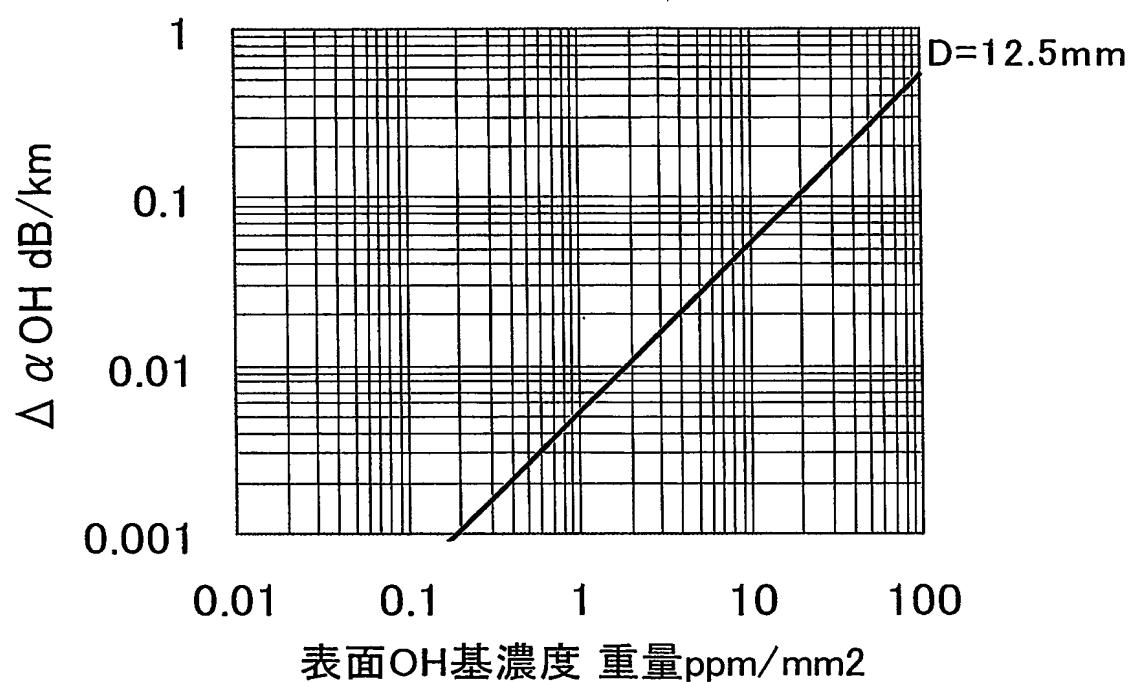
1 2/13

FIG. 19



1 3 /13

FIG. 20



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/011431

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.C1⁷ C03B37/018, C03B37/027, G02B6/22

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHEDMinimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.C1⁷ C03B37/012-37/018Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| X | JP 2003-505321 A (DRAKA FIBRE TECHNOLOGY B.V.), 12 February, 2003 (12.02.03), Claims; Par. No. [0001]; Fig. 1 & WO 01/05721 A1 & EP 1200365 A1 | 1, 4, 7, 8, 13-20 |
| Y | | 1, 3, 5, 6, 10, 11 |
| A | | 2, 9, 12 |
| Y | JP 2003-192372 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 09 July, 2003 (09.07.03), Par. No. [0001]; examples (Family: none) | 1 |
| Y | JP 2002-154839 A (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 28 May, 2002 (28.05.02), Par. No. [0001]; examples (Family: none) | 1 |

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
09 November, 2004 (09.11.04)Date of mailing of the international search report
22 November, 2004 (22.11.04)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/011431

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| Y | JP 2003-221251 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 05 August, 2003 (05.08.03), Claims 7, 8, 10; Par. Nos. [0002] to [0004], [0017], [0019], [0030], [0034] (Family: none) | 1, 5, 6, 10, 11 |
| Y | JP 62-132740 A (Fujitsu Ltd.), 16 June, 1987 (16.06.87), Page 2, lower right column, lines 2 to 13 (Family: none) | 5 |

A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC))

Int.Cl.⁷ C03B37/018, C03B37/027, G02B6/22

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int.Cl.⁷ C03B37/012-37/018

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2004年
 日本国登録実用新案公報 1994-2004年
 日本国実用新案登録公報 1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------|--------------------------------------------------------------------|--------------------|
| X | JP 2003-505321 A (トカラカ ファイバー テクノロジー ペーパー ウェー) 2003.02.12, | 1, 4, 7, 8, 13-20 |
| Y | 特許請求の範囲, [0001], 第1図 | 1, 3, 5, 6, 10, 11 |
| A | & WO 01/05721 A1 & EP 1200365 A1 | 2, 9, 12 |
| Y | JP 2003-192372 A (住友電気工業株式会社) 2003.07.09, [0001], 実施例 (ファミリーなし) | 1 |
| Y | JP 2002-154839 A (信越化学工業株式会社) 2002.05.28, [0001], 実施例 (ファミリーなし) | 1 |

 C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献(理由を付す)
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

09.11.2004

国際調査報告の発送日

22.11.2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官(権限のある職員)

永田 史泰

4 T 3029

電話番号 03-3581-1101 内線 3463

| C (続き) 関連すると認められる文献 | | |
|---------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------|
| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
| Y | JP 2003-221251 A (住友電気工業株式会社) 2003.08.05, 請求項7, 8, 10, [0002]–[0004], [0017], [0019], [0030], [0034] (アミラーなし) | 3, 5, 6, 10, 11 |
| Y | JP 62-132740 A (富士通株式会社) 1987.06.16, 第2頁右下欄第2-13行目 (アミラーなし) | 5 |